

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

51

Int. Cl.:

B 08 b, 7/04

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

BM

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 34 c, 25/00

10

11

21

22

43

Offenlegungsschrift 2 337 894

Aktenzeichen: P 23 37 894.1

Anmeldetag: 26. Juli 1973

Offenlegungstag: 28. November 1974

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: 10. Mai 1973

33

Land: V. St. v. Amerika

31

Aktenzeichen: 359210

54

Bezeichnung: Verfahren zur Neutralisation von Feststoffen oder Gasen bei der Reinigung von Einzel-Teilen im Wirbelbett

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Procedyne Corp., New Brunswick, N.J. (V.St.A.)

Vertreter gem. § 16 PatG: Grave, J.G., Dipl.-Phys., Pat.-Anw., 5000 Köln

72

Als Erfinder benannt: Staffin, Herbert Kenneth, Colonia; Koelzer, Robert A., Piscataway; N.J. (V.St.A.)

DI 2337894

Verfahren zur Neutralisation von Feststoffen oder Gasen
bei der Reinigung von Einzel-Teilen im Wirbelbett

Nach dem Stande der Technik sind Feststoff-Wirbelbetten bekannt, wobei ein Anwendungsgebiet die Kalibrierung von Thermometern, Thermoelementen und anderen Abtasteinrichtungen ist. Ein anderes Anwendungsgebiet ist die Beseitigung von festen Kunststoffabfällen durch Verbrennung in derartigen Betten.

Wenn ein Behälter, das "Bett", der feinverteilte, inerte Teilchen, wie z.B. Sand, Aluminiumoxid und ähnliche schwer schmelzbare Materialien enthält, so konstruiert ist, daß ein Gas, z.B. Luft, Dampf, Stickstoff, durch das Bett hindurchgeführt werden kann, ist es möglich, einen Zustand, den sogenannten "Wirbelzustand" einzustellen, bei welchem die einzelnen Teilchen durch das sich bewegende Gas voneinander

mikroskopisch getrennt werden. Dies s "Wirbelbett" der Teilchen hat ungewöhnliche Eigenschaften, die sich in bemerkenswerter Weise von denen des Gases oder der Teilchen unterscheiden. Das Wirbelbett verhält sich in bemerkenswerter Weise ähnlich wie eine Flüssigkeit, wobei es Eigenschaften zeigt, die gewöhnlich dem flüssigen Zustand zuzuschreiben sind. Beispielsweise kann das Wirbelbett gerührt werden und es kann aufschäumen; es ist stets bestrebt, einen üblichen Spiegel einzustellen; Materialien von niedriger Dichte werden darin schwimmen, wohingegen solche mit Dichten größer als die Äquivalentdichte des Wirbelbettes darin versinken werden und, was besonders wichtig ist, die Charakteristik des Wärmeübergangs zwischen dem Wirbelbett und einer festen Grenzfläche kann von ähnlicher Beschaffenheit sein wie angenähert bei einer bewegten Flüssigkeit.

Das üblicherweise verwendete Wirbelgas ist gewöhnlich komprimierte Luft aus einem Gebläse oder einem Kompressor, die nach oben durch das Bett geführt wird. Falls unter bestimmten Bedingungen eine nichtoxidierende Atmosphäre erforderlich ist, kann Stickstoff verwendet werden, und, falls eine reduzierende Atmosphäre benötigt wird, kann man Dampf oder Crackgas zusammen mit einem Siliciumcarbid-Bett verwenden.

Eine einzigartige Eigenschaft von gas-gewirbelten Feststoffen ist die relativ hohe Geschwindigkeit des Wärmeübergangs

innerhalb der Phase, die außerordentlich gute isotherme Zustandsbedingungen liefert, als auch der ausgezeichnete Wärmeübergang zu festen Oberflächen, die in der Phase eingetaucht sind. Diese Eigenschaft ist der turbulenten Bewegung und der raschen Zirkulationsgeschwindigkeit der Feststoffteilchen in Verbindung mit dem extrem großen Feststoff-Gas-Grenzflächenbereich zuzuschreiben. Daher nähern sich die Gesamt-Wärmeübergangscharakteristiken einer Feststoff-Wirbelbett-Phase trotz der Tatsache, daß die normalerweise verwendeten Gas-Feststoff-Grenzflächen niedrige thermische Leitfähigkeiten besitzen, denen einer Flüssigkeit.

Diese Kombination der ausgezeichneten Wärmeübergangseigenschaft und der hohen Wärmekapazität macht gewirbelte Feststoffe zu einem ausgezeichneten Medium zur Schaffung einer isothermen Umgebung zum reinigenden Beseitigen von Verunreinigungen bei Rohmaterial-Schachtelkonstruktionen aus derartigen Maschinenteilen wie Formen, die bei der Herstellung von Kunststoffteilen und Materialien verwendet wurden, Werkzeugen zum Ziehen und Extrudieren, Teilen mit einspringenden Winkelbereichen, Perforationen und Vertiefungen und, ganz allgemein Teile, wo die Erhaltung der Dimensionen ein primäres Erfordernis ist. Gewisse Probleme entstehen jedoch, wenn ein Reinigen von Teilen und Geräten in einem Wirbelbett durch Veraschung angewandt wird.

Bei manchen Anwendungen einer Reinigung im Wirbelbett, wo das Wirbelgas typischerweise Luft ist, kann das Polymerisat chemische Gruppen enthalten, die beim Pyrolysieren oder Veraschen des Polymerisates ein oder mehrere saure Gase oder Produkte bilden. Beispielsweise enthält bei der Beseitigung von Kunststoffzubereitungen aus Polyvinylchlorid (PVC) das Polymerisat oder die organische Verunreinigung Chlor, und eines der bei der Verbrennung auftretenden Zersetzungsprodukte ist gasförmige Chlorwasserstoffsäure (HCl). Wenn das Polymerisat oder andere organische Verunreinigungen ein anderes Halogen (Brom, Fluor, Jod) enthält, werden die Nebenprodukte gasförmiger Bromwasserstoff, Fluorwasserstoff oder Jodwasserstoff (HBr, HF oder HJ) sein. Diese und anderen sauren Gase oder Flüssigkeiten führen zu einer Korrosionsbeschädigung der Oberflächen der Apparatur oder der zu reinigenden Metallteile.

Früher hat man die Korrosion bei einer Abgas-Verarbeitungsanlage bei der Beseitigung von Kunststoffabfällen durch Zugabe von gepulvertem Kalkstein (CaO) in das zur Veraschung dienende Wirbelbett vermieden. Bis jetzt wurden jedoch die bei den Reinigungsoperationen von Metallteilen in erhitzten Wirbelbetten auftretenden Korrosionsprobleme noch nicht gelöst.

Es ist daher eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zur Neutralisation dieser korrosiven Gase, die

während der Reinigungsoperation emittiert werden, zur Verhinderung einer Beschädigung der zu reinigenden Teile zu schaffen. Es ist insbesondere Aufgabe der vorliegenden Erfindung, die Neutralisation durch Einführen eines Alkalimetall- oder Erdalkalimetallfeststoffs oder eines alkalischen Gases in das Wirbelbett zu bewirken. Andere Aufgaben werden aus der Zeichnung und der nachfolgenden Beschreibung sowie den Ansprüchen offenbar.

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Säuberung von Teilen und Geräten, die mit Polymerisaten imprägniert oder überzogen sind. Das Verfahren umfaßt die Stufen des Placierens des zu reinigenden Teiles in ein Wirbelbett, das Erhitzen des Bettes und das Einführen eines Alkalimetall- oder Erdalkalimetallfeststoffes oder -Flüssigkeit, wie z.B. gepulverten Kalkstein (CaO), so daß die Veraschung in Anwesenheit von Alkali stattfindet.

Die Verunreinigung wird auf eine Temperatur erhitzt, die ausreicht, diese zu verbrennen, schmelzen, pyrolysisieren oder verdampfen. Die Anwesenheit von Alkali neutralisiert die Säuren nahezu unmittelbar nach ihrer Bildung, wodurch eine Säurekorrosion des Metallteils verhindert wird. Wenn Kalkstein als alkalischer Feststoff verwendet wird, kombiniert er sich mit dem sauren Gas, beispielsweise Chlorwasserstoffgas, nach der folgenden Reaktionsgleichung:



Fig. 1 zeigt eine typische Anlage, die für die praktische Durchführung der vorliegenden Erfindung eingesetzt werden kann.

In dieser Zeichnung wird ein Behälter 10 mit einem trichterförmigen Boden 11 gezeigt, der teilweise eine Kammer 10a begrenzt, die in Verbindung mit einem Rohr 12 steht. Oberhalb der Kammer 10a befindet sich, gelagert in bekannter Weise, eine gasdurchlässige Scheibe 15, die ein poröses keramisches Material, eine perforierte Platte oder ein anderes Teil sein kann, das imstande ist, Gas durchzulassen, während es das teilchenförmige Material des Wirbelbettes 16 trägt. Die Scheibe muß bei der Arbeitstemperatur des Bettes bruchfest sein.

Das Bett 16 enthält hochschmelzbare Teilchen, z.B. Sand, Aluminiumoxid oder dergleichen, die so klassiert sind, daß den Teilchen ein inniger Kontakt mit den kleinsten Öffnungen und Ausnehmungen des zu behandelnden Einzel-Teils möglich ist.

Der Behälter 10 hat eine geeignet befestigte Abdeckung 19, die zusammen mit dem Bett 16 einen oberen Raum 21 begrenzt. Das Bett 16 wird durch ein beliebiges geeignetes Hilfsmittel 1,

z.B. durch einen ummantelten Typ eines elektrischen Heizelementes 22 geheizt, das eng um den Behälter 10 gewickelt und durch eine Isolierschicht (nicht gezeigt) in geeigneter Weise isoliert ist.

Um die Vorrichtung vielseitiger zu machen, sind Hilfsmittel vorgesehen, um entweder Luft oder ein alkalisches Gas, z.B. Ammoniak, oder ein anderes Gas wie Luft, z.B. Stickstoff, wahlweise in das Bett einzuleiten. Dementsprechend führen Einleitungsrohre 12a, 12b und 12c in das Rohr 12. Jedes der Einleitungsrohre 12a, 12b und 12c hat ein herkömmliches Durchflußregelventil 25a, 25b, 25c und Auf-Zu-Ventile 26a, 26b und 26c. Diese letztgenannten Ventile werden zur Trennung der ausgewählten Einleitungsrohre 12a, 12b oder 12c von den nicht benutzten Leitungen verwendet.

Weiterhin sind Vorrichtungen zur Zuführung von Dampf, Wasser oder Inertgas zu dem oberen Raum 21 vorgesehen, um die potentiell zündfähigen Substanzen entsprechend zu verdünnen. Diese Vorrichtungen umfassen ein Zuführungsrohr 41, versehen mit einem Durchflußmesser 42 und einem Drosselventil 43. Das Zuführungsrohr 41 endet innerhalb des oberen Raumes 21 und ist mit einer Sprühdüse 54 abgeschlossen, die zur Verteilung des verdünnenden Mediums dient.

Wenn durch das Zuführungsrohr 41 Wasser eingespeist wird, wird es in dem oberen Raum 21 in Dampf umgewandelt. Wenn Dampf oder ein Inertgas durch das Zuführungsrohr 41 eingespeist wird, ist eine geringere Arbeitsleistung durch das System notwendig. In jedem Fall ist in dem Abgas Wasser oder ein Inertgas vorhanden und verdünnt dasselbe soweit, daß es nicht mehr entflammbar ist.

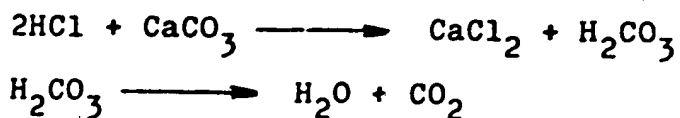
Die Strömung des Abgases von der Oberfläche des Wirbelbettes verhindert den Zutritt von Dampf oder Inertgas zum Wirbelbett und den Kontakt mit den zu reinigenden Teilen. Wenn Alkali oder alkalische Feststoffe verwendet werden, umfassen sie einen Teil oder die Gesamtheit der gewirbelten Feststoffe 16.

Wie aus der Zeichnung entnommen werden kann, werden die zu reinigenden Einzel-Teile, von denen eines bei P gezeigt wird, in dem Bett durch eine beliebige geeignete Vorrichtung, z.B. einen Draht W, gehalten. Die Teile P werden in innigem Kontakt mit den erhitzten Teilchen des Wirbelbettes in Berührung gebracht, wodurch ein Hochtemperatur-Medium für eine Pyrolyse, Veraschung und/oder Verdampfung des den Teil P verunreinigenden Polymerisates geschaffen wird.

Wie bereits erwähnt, wird die Neutralisation von Säure oder saurem Gas durch Zusatz von Alkali oder alkalischen

Feststoffen oder einem alkalischen Gas zu dem Wirbelbett bewerkstelligt. Der Feststoff muß imstande sein, mit der Säure zu reagieren und eine Teilchenform bei der Arbeitstemperatur des Wirbelbettes aufrechtzuerhalten. Das alkalische Gas muß in der Lage sein, mit einer Säure zu reagieren und es muß bei den Betriebstemperaturen des Wirbelbettes stabil sein. Die Feststoffe können Hydroxide, Oxide, Carbonate und Phosphate von Alkalimetallen und Erdalkalimetallen umfassen. Beispiele derartiger Feststoffe sind Calciumoxid (CaO), Calciumcarbonat (CaCO₃), Magnesiumoxid (MgO), Natriumhydroxid (NaOH), Natriumcarbonat (Na₂CO₃) und Kaliumhydroxid (KOH), und von alkalischen Gasen Ammoniak (NH₃) und andere Amine. Falls gewünscht, kann das ganze Wirbelbett aus Teilchen eines Alkalimetall- oder alkalischen Feststoffs bestehen.

Im Falle von alkalischen Feststoffen, z.B. Calciumcarbonat, läuft die Neutralisationsreaktion beim Entfernen von Polyvinylchlorid wie folgt ab:



In dem Fall, wo ein alkalisch wirkendes Gas, wie z.B. Ammoniak, in den Wirbelgas-Strom eingeleitet wird, läuft die Neutralisationsreaktion nach folgender Gleichung ab



worin R im Ammoniak Wasserstoff bedeutet, j doch auch andere

Alkylreste, wie z.B. Methyl (CH_3), Äthyl (C_2H_5), Hydroxymethyl (CH_2OH) oder Hydroxyäthyl ($\text{C}_2\text{H}_4\text{OH}$) sein kann. Wenn die R enthaltende Verbindung ein größeres Molekül ist, ist diese Verbindung eine Flüssigkeit, jedoch sind die Amine bei den in dem Wirbelbett während der Reinigung herrschenden Temperaturen im gasförmigen Zustand.

Nachdem die vorliegende Erfindung an Hand besonderer Ausführungsformen erläutert wurde, ist es für den Fachmann klar, daß Modifizierungen und Veränderungen durchgeführt werden können, die noch im Rahmen der vorliegenden Erfindung liegen.

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Reinigung von Einzel-Teilen von polymeren Substanzen, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß man
 - (a) die Teile in ein Feststoff-Wirbelbett placiert,
 - (b) das Bett auf eine Temperatur erhitzt, bei welcher die polymeren Substanzen verascht und/oder verdampft und/oder pyrolisiert werden, und
 - (c) in das Bett ein alkalisches Feststoffmaterial einführt, das imstande ist, eine Säure zu neutralisieren und das seine Teilchenform bei der Betriebstemperatur des Bettes aufrecht erhält.
2. Verfahren nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das alkalische Feststoffmaterial Alkalimetalloxide, Alkalimetallhydroxide, Alkalimetallphosphate, Alkalimetallcarbonate, Erdalkalimetalloxide, Erdalkalimetallhydroxide, Erdalkalimetallphosphate und/oder Erdalkalimetallcarbonate sind.
3. Verfahren zur Reinigung von Einzel-Teilen von polymeren Substanzen, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß man
 - (a) die Einzel-Teile in ein Feststoff-Wirbelbett placiert,
 - (b) das Bett auf eine Temperatur erhitzt, bei welcher die polymeren Substanzen verascht und/oder verdampft und/oder

pyrolisiert werden, und

(c) in das Bett ein alkalisch wirkendes Gasmaterial einführt, das imstande ist, eine Säure zu neutralisieren und das bei der Betriebstemperatur des Wirbelbettes stabil ist.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das alkalische Gasmaterial ein Amin der allgemeinen Formel RNH_2 ist, in welcher R -H, $-CH_3$, $-C_2H_5$, $-CH_2OH$ und $-C_2H_4OH$ sein kann.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die neutralisierende Zubereitung gepulverter Kalkstein ist.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als zusätzliche Stufe Wasserdampf in den oberen Raum über dem Wirbelbett eingeführt wird, um entzündliche Substanzen zu verdünnen.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als zusätzliche Stufe ein Inertgas in den oberen Raum über dem Wirbelbett einführt, um entzündliche Substanzen zu verdünnen.

8. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man als zusätzliche Stufe Wasserdampf in den oberen Raum über dem Wirbelbett einführt, um entzündliche Substanzen zu verdünnen.

9. Verfahren nach Anspruch 3, d a d u r c h g e k e n n -
z e i c h n e t , daß man als zusätzliche Stufe ein Inert-
gas in den oberen Raum über dem Wirbelbett einführt, um ent-
zündliche Substanzen zu verdünnen.

14

Leerseite

